

⑨ 日本国特許庁(JP) ⑩ 特許出願公開  
 ⑪ 公開特許公報(A) 昭60-243199

⑫ Int. Cl.

C 11 D 17/08  
3/20  
3/37

識別記号

庁内整理番号

6660-4H  
6660-4H  
6660-4H

⑬ 公開 昭和60年(1985)12月3日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全5頁)

⑭ 発明の名称 分離型液体洗淨剤組成物

⑮ 特 願 昭59-97450

⑯ 出 願 昭59(1984)5月17日

⑰ 発 明 者 太 田 誠 一 千葉市みつわ台3丁目2棟203号  
 ⑰ 発 明 者 牛 山 広 俊 千葉市高洲2-8-9-1108  
 ⑰ 発 明 者 森 信 博 習志野市本大久保3丁目14番2号  
 ⑰ 出 願 人 ライオン株式会社 東京都墨田区本所1丁目3番7号  
 ⑰ 代 理 人 弁理士 阿 形 明

## 明 細 書

1. 発明の名称 分離型液体洗淨剤組成物

2. 特許請求の範囲

1 (A)アニオン性界面活性剤及びノニオン性界面活性剤の中から選ばれた少なくとも1種の界面活性剤と、(B)カルボキシル化合物とを含有して成る2層分離型液体洗淨剤組成物。

2 カルボキシル化合物が有機カルボン酸、アミノカルボン酸、カルボキシル基を有する水溶性高分子化合物及びこれらの塩の中から選ばれた少なくとも1種である特許請求の範囲第1項記載の組成物。

3 界面活性剤及びカルボキシル化合物の含有量がそれぞれ洗淨剤組成物の重量に基づき、10-50重量%及び2-30重量%である特許請求の範囲第1項又は第2項記載の組成物。

3. 発明の詳細な説明

産業上の利用分野

本発明は2層分離型液体洗淨剤組成物、さらに

詳しくいえば、優れた洗淨性能を有し、かつ貯置した状態で界面活性剤を主とする層とカルボキシル基を有する化合物を主とする層との2層に分離した保存安定性の優れた液体洗淨剤組成物に関するものである。

従来の技術

従来、シャンプーや化粧料などにおいては、含有成分の保存安定性を高めるために、貯置した状態では、それぞれの成分が混合しないように2層に分離しうる、いわゆる分離型のものが開発されている。例えば2-エチルヘキシル酸の高級アルコールエステル(特公昭51-133号公報)、オリブ油やスクアラン(特開昭43-58007号公報、特開昭48-103609号公報)、流動パラフィン、アーモンド油などの動植物油やパラフィン(特開昭54-25906号公報)のような油状物質を分離させ、その成分の保存安定性を高める方法が開示されている。これらの分離型組成物は、使用時には軽く振とうし、2層を混合して用いる。

しかしながら、衣類用や台所用洗剤組成物においては、優れた洗浄性能を有し、かつ2層に分離して成分の保存安定性を高めるような組成物はこれまでほとんど見当たらなかった。前記の油状物質とアニオン性やノニオン性の界面活性剤を含有した組成物は、2層に分離するが、該油状物質はシャンプーや化粧品においては髪、肌に必要な油分を供給し、つや、うるおいを与える効果を有するものの、衣類用や台所用洗剤においては汚れの1種となり、洗浄性能を低下させるものであるため、同じように使用することはできない。

#### 発明が解決しようとする問題点

本発明者らは、このような事情に鑑み、優れた洗浄性能を有し、かつ実質に2層分離して成分の保存安定性を高める液体洗剤組成物を提供すべく鋭意研究を重ねた結果、本発明を完成するに至った。

#### 問題点を解決するための手段

すなわち、本発明は、(A)アニオン性界面活性剤及びノニオン性界面活性剤の中から選ばれた少

ト系アニオン性界面活性剤としては、例えば長鎖モノアルキル、ジアルキル又はセスキ(各アルキル基の炭素数は8<sup>以上</sup>22である)リン酸塩、ポリオキシエチレン(1~6モル)モノアルキル、ジアルキル又はセスキ(各アルキル基の炭素数が8~22である)リン酸塩などが挙げられる。これらのアニオン性界面活性剤の対イオンとしての陽イオンは、例えばナトリウム、カリウム、マグネシウムなどのアルカリ又はアルカリ土類金属イオン、モノエタノールアミン、ジエタノールアミン、トリエタノールアミンなどのアルカノールアミンイオンなどである。

ノニオン性界面活性剤としては、例えばポリオキシエチレン(1~20モル)長鎖アルキル(第一級又は第二級C<sub>8</sub>~C<sub>22</sub>)エーテル、ポリオキシエチレン(1~20モル)アルキル(C<sub>8</sub>~C<sub>22</sub>)フェニルエーテル、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンブロックコポリマー、ポリオキシエチレン高級脂肪酸エステルなどのオキシアルキレン付加化合物、高級脂肪酸アルカノールアミド又はそ

#### 特開昭60-243199(2)

なくとも1種の界面活性剤と、(B)カルボキシル化合物とを含有して成る2層分離型液体洗剤組成物を提供するものである。

本発明の洗剤組成物において、(A)成分として用いる界面活性剤はアニオン性界面活性剤、ノニオン性界面活性剤であって、アニオン性界面活性剤としては、通常のスルホネート系、サルフェート系、ホスフェート系のアニオン性界面活性剤が使用される。これらのアニオン性界面活性剤の中でスルホネート系アニオン性界面活性剤としては、例えば直鎖又は分枝鎖アルキル(C<sub>8</sub>~C<sub>22</sub>)ベンゼンスルホン酸塩、長鎖アルキル(C<sub>8</sub>~C<sub>22</sub>)スルホン酸塩、長鎖オレフィン(C<sub>8</sub>~C<sub>22</sub>)スルホン酸塩などが挙げられる。またサルフェート系アニオン性界面活性剤としては、例えば長鎖モノアルキル(C<sub>8</sub>~C<sub>22</sub>)硫酸エステル塩、ポリオキシエチレン(1~6モル)長鎖アルキル(C<sub>8</sub>~C<sub>22</sub>)エーテル硫酸エステル塩、ポリオキシエチレン(1~6モル)アルキル(C<sub>8</sub>~C<sub>22</sub>)フェニルエーテル硫酸エステル塩などが挙げられ、またホスフェー

のアルキレンオキサイド付加物、長鎖型第三級アミンオキシド(C<sub>12</sub>~C<sub>18</sub>)などが挙げられる。

これらの界面活性剤はそれぞれ単独で用いてもよいし、2種以上組み合わせ用いてもよい。特に好ましい配合量は、洗剤組成物の重量基準で10~50重量%、さらに好ましくは20~30重量%の範囲である。

本発明組成物における(B)成分のカルボキシル化合物としては、例えば有機カルボン酸及びその塩、アミノカルボン酸及びその塩、アクリル酸のようなカルボキシル基を有するモノマーの重合体から成る水溶性高分子化合物及びその塩などが用いられる。有機カルボン酸及びその塩としては、例えばマロン酸、コハク酸、フマル酸、イタコン酸、アジピン酸などの多価カルボン酸、リンゴ酸、酒石酸、クエン酸、ローオキシグルタル酸などのヒドロキシカルボン酸やヒドロキシ多価カルボン酸及びこれらの塩が挙げられる。アミノカルボン酸及びその塩としては、例えばグリシン、ロイシン、セリン、アスパラギン酸、グルタミン酸、グ

## 特開昭60-243199(3)

ルタミン、システイン、リジン、チロシンなどの脂肪酸や芳香族アミノ酸及びこれらの塩、あるいはエチレンジアミンテトラ酢酸やニトリロトリ酢酸及びこれらの塩などが挙げられる。また、水溶性高分子化合物及びその塩としては、例えばアクリル酸、ヒドロキシアクリル酸などの重合体及びこれらの塩が挙げられる。

これらの化合物はそれぞれ単独で用いてもよいし、2種以上組み合わせて用いてもよい。その好ましい配合量としては、洗浄剤組成物の重量基準で2～30重量%の範囲である。

これらのカルボキシル基を有する化合物の中で、特に好ましいものは、カルボキシル基が1個の場合はアミノ基1以上又はヒドロキシル基2以上で、かつ炭素数2以上、カルボキシル基が2個以上の場合は炭素数3以上の有機カルボン酸、アミノカルボン酸、水溶性高分子化合物及びこれらの塩の中から選ばれた1種又は2種以上の混合物である。

さらに、本発明の洗浄剤組成物には、前記の必須成分以外に、所望に応じ、粘度調節や、安定性、

性能、商品価値などを高めるために、例えばエタノール、ポリエチレングリコール、低級スルホン化物などのハイドロトロプ、カチオン性界面活性剤や両性界面活性剤、上層又は下層を着色するための色素、香料などを配合することができる。

## 発明の効果

本発明の2層分離型液体洗浄剤組成物は、洗浄性能に優れ、かつ静置状態で美観に2層に分離するので、成分の保存安定性にも優れている。

## 実施例

次に実施例によって本発明をさらに詳細に説明する。

なお、組成物の性能は次のようにして評価した。

## (1) 分離性

組成物を25～30℃で十分かき混ぜたのち、静置し、2層に分離する状態を目視で次の判定基準に従って評価する。

○：上、下層ともに透明に分離

△：上、下層に分離するが透明性が少ない

×：上下層に分離するが白濁するか、又は分

## 離しない

## (2) 混合性

120ml容のガラスビンに組成物100mlを採取し、24時間静置後、10回転倒させた場合の状態を目視で次の判定基準に従って評価する。

○：均一な乳濁系となる場合

×：均一な乳濁系とならない場合

## (3) 保存安定性

120ml容のガラスビンに組成物100mlを分取し、25℃で12時間静置後、凍結(−10℃、12時間)したのち復元(5℃、12時間)する操作を1サイクルとし、6サイクルくり返して5℃における状態を目視で次の判定基準に従って評価した。

○：上、下層とも透明である

×：上、下層いずれかが不透明か、又は沈澱が生じる

## 実施例、比較例

大表に示すような組成を有する液体洗浄剤組成物を調製し、分離性、混合性及び保存安定性を評価した。それらの結果を表に示す。



特開昭60-243199(5)

カチオン(A):モノアルキルトリメチルアンモニ  
ウムクロライド ( $R=C_{10}\sim 18$ )

カチオン(B):ジアルキルジメチルアンモニウム  
クロライド ( $R=C_{10}\sim 18$ )

を表わす。]

## "TRANSLATION FROM JAPANESE"

Japanese Patent Office (JP)  
LAID OPEN PATENT GAZETTE (A)

Laid Open Patent Application No. S60-243199

Laid Open 3 December 1985

Int.Cl.<sup>4</sup> C 11 D 17/08  
3/20  
3/37

## Identification Code

Internal Office Filing Nos 6660-4H  
6660-4H  
6660-4H

Examination Request Not requested

Number of inventions 1

(Total of 5 pages [in the Japanese])

Title of the invention Separated liquid cleansing agent composition

Patent Application No. S59-97450

Application date 17 May 1984

Inventor Y. Ota

3-2-203 Mitsuwadai, Chiba-shi

Inventor H. Ushiyama

2-8-9-1108 Takasu, Chiba-shi

Inventor N. Mori

3-14-2 Honokubo, Narashino-shi

Applicant Lion K.K.

1-3-7 Honjo, Sumida-ku, Tokyo-to

Agent Patent Attorney A. Agata

## Specification

1. Title of the invention Separated liquid cleansing agent composition

5 2. Scope of the patent claims

1. Two-layer separated liquid cleansing composition comprising (A) at least one type of surfactant chosen from anionic surfactants and nonionic surfactants, and (B) carboxyl compound.

2. Composition according to Claim 1, where the carboxyl compound is at least one chosen from aminocarboxylic acids, carboxyl group-containing water-soluble macromolecular compounds and salts thereof.

3. Composition according to Claim 1 or 2, where the surfactant and carboxyl compound contents are from 10 to 50 % by weight and from 2 to 30 % by weight, respectively, based on the weight of the cleansing composition.

15

3. Detailed description of the invention

## Field of industrial use

20 The present invention relates to a two-layer separated liquid cleansing composition, more specifically, it relates to a liquid cleansing composition of excellent storage stability which, when left standing, separates into two layers, that is, a layer comprising mainly surfactant and a layer comprising mainly carboxyl group-containing compound, and which has excellent cleansing properties.

25 Prior art

Conventionally, shampoos, cosmetics and the like in which the component can separate on standing into two layers so that it seems that said components do not mix, referred to as "separated" systems, have been developed to improve the storage stability of the components. For example, disclosed methods for improving the storage stability of components involve the separation of oily substances such as higher alcohol esters of 2-ethylhexanoic acid (Japanese Examined Patent Publication No. S51-183), olive oil and squalene (Japanese Unexamined Patent Application Nos S48-58007 and S48-103609), liquid paraffin, almond oil and the like. The two layers in the separated compositions are mixed by light shaking at the time of use.

35 However, there are as yet hardly any cleansing compositions for clothes or for kitchen use wherein two layers separate in order to improve the storage stability of the components, and which have excellent cleansing properties. The abovementioned compositions comprising oily substance and anionic or nonionic surfactant do separate into two layers. but although said oily substance

40

- 2 -

provides the oily component required by skin and hair and bestows lustre and moisture when using shampoos or cosmetics, in the case of cleansing agents for clothes and kitchen use. it acts as a type of contamination and lowers cleaning performance, and so it cannot be used in the same way.

5

Problems to be overcome by the invention

In view of this situation, the present inventors perfected the present invention as a result of diligent research into providing a liquid cleansing composition which has excellent cleansing properties and in which the storage stability of the components is improved by a beautiful separation into two layers.

10

Means of overcoming the problems

Specifically, the present invention provides a two-layer separated liquid cleansing composition comprising (A) at least one type of surfactant chosen from anionic surfactants and nonionic surfactants, and (B) carboxyl compound.

15

In the cleansing agent composition of the present invention, the surfactant used as component (A) is an anionic surfactant or a nonionic surfactant, and common sulphonate-based, sulphate-based and phosphate-based anionic surfactants can be used. Examples of such sulphonate-based anionic surfactants include linear or branched alkyl ( $C_8-C_{22}$ )benzenesulphonates, long chain alkyl ( $C_8-C_{22}$ )sulphonates, long chain olefin ( $C_8-C_{22}$ )sulphonates and the like. Examples of sulphate-based anionic surfactants include long chain monoalkyl ( $C_8-C_{22}$ )sulphate ester salts, polyoxyethylene (1-6 mol) long chain alkyl ( $C_8-C_{22}$ )ether sulphate ester salts, polyoxyethylene (1-6 mol) alkyl ( $C_8-C_{18}$ )phenyl ether sulphate ester salts and the like, and examples of phosphate-based anionic surfactants include long chain monoalkyl, dialkyl or sesqui- (the number of carbon atoms per alkyl group is from 8 to 22) phosphates, polyoxyethylene (1-6 mol) monoalkyl, dialkyl or sesqui- (the number of carbon atoms per alkyl group is from 8 to 22) phosphates and the like. Examples of cations which act as counterions to these anionic surfactants include ions of alkali or alkaline earth metals such as sodium, potassium and magnesium, and alkanolamine ions of monoethanolamine, diethanolamine, triethanolamine and the like.

20

25

30

Examples of nonionic surfactants include polyoxyethylene (1-20 mol) long chain alkyl (primary or secondary  $C_8-C_{22}$ ) ethers, polyoxyethylene (1-20 mol) alkyl ( $C_8-C_{18}$ )phenyl ethers, polyoxyethylene polyoxypropylene block copolymers, polyoxyethylene higher fatty acid esters and other such oxyalkylene adduct compounds, higher fatty acid alkanolamides or alkylene oxide adducts thereof and long chain tertiary amine oxides ( $C_{12-14}$ ).

35



- 3 -

These surfactants may be used individually, or two or more may be used in combination. The amount used is particularly preferably from 10 to 50 % by weight, yet more preferably from 20 to 30 % by weight based on the weight of the cleansing composition.

5           Organic carboxylic acids and salts thereof, aminocarboxylic acids and salts thereof, water-soluble macromolecular compounds (and salts thereof) comprising polymers of monomers containing carboxyl groups such as acrylic acid, and the like, can be used as the carboxyl compound component (B) in the composition of the present invention. Examples of organic carboxylic acids and  
10           salts thereof include polyvalent carboxylic acids such as malonic acid, succinic acid, fumaric, itaconic acid and adipic acid, hydroxy-polyvalent carboxylic acids and hydroxycarboxylic acids such as malic acid, tartaric acid, citric acid and  $\alpha$ -oxyglutaric acid, and salts thereof. Examples of aminocarboxylic acids and salts thereof include glycine, leucine, serine, aspartic acid, glutamic acid, glutamine,  
15           cysteine, lysine, tyrosine and other such aliphatic and aromatic amino acids, and salts thereof, and ethylenediaminetetraacetic acid and nitrilotriacetic acid, and salts thereof. Also, examples of water-soluble macromolecular compounds and salts thereof include polymers of acrylic acid, hydroxyacrylic acid and the like, and salts thereof.

20           These compounds may be used individually, or two or more may be used in combination. It is preferable to use from 2 to 30 % by weight based on the weight of the cleansing agent composition.

          Of these carboxyl group-containing compounds, particularly preferable compounds having one carboxyl group have one or more amino group or two or  
25           more hydroxyl groups and two or more carbon atoms, and particularly preferable compounds having two or more carboxyl groups are three or more carbon atom-containing organic carboxylic acids, aminocarboxylic acids, water-soluble macromolecular compounds or salts thereof, and one or a mixture of two or more can be used.

30           Besides the abovementioned indispensable components, cleansing agent compositions of the present invention can also contain, for example, hydrotropes such as lower sulphonated compounds, polyethylene glycol and ethanol, cationic surfactants and amphoteric surfactants, colorants for colouring the upper layer or the lower layer, perfumes and the like, to control viscosity and  
35           improve the stability, performance and commercial value of the product.

- 4 -

### Advantages of the invention

The two-layer separated liquid cleansing composition of the present invention has excellent cleansing properties and can separate beautifully into two layers on standing, and so the storage stability of the component is also excellent.

5

### Working Examples

The present invention is described in more detail below by means of Working Examples.

It should be noted that the properties of the compositions were appraised as follows:

10

#### (1) Separation properties

The composition was mixed thoroughly at from 25 to 30°C then left to stand, then the two-layer separation was appraised visually using the following appraisal standards.

15

- : upper and lower layer both transparent and separated
- △ : upper and lower layer separated but little transparency
- × : either the upper and lower layers are separated but cloudy, or there is no separation

20

#### (2) Miscibility

100 ml of composition were taken in a 120 ml capacity glass bottle and left to stand for 24 h, then the bottle was inverted ten times and the state of the composition was appraised visually according to the following appraisal standards.

25

- : uniform emulsion obtained
- × : uniform emulsion not obtained

#### (3) Storage stability

100 ml of composition were introduced into a 120 ml capacity glass bottle and left standing for 12 h at 25°C. then frozen (-10°C, 12 h) then restored to normal conditions (5°C, >12 h) and this operation was taken as one cycle; the cycle was repeated 8 times, then the state at 5°C was appraised visually using the following appraisal standards.

30

- : both upper and lower layer transparent
- × : either the upper or lower layer opaque, or sedimentation

35

- 5 -

**Working Examples, Comparative Examples**

Liquid cleansing agent compositions having the compositions shown in the following Table were prepared, and their separation, miscibility and storage properties were praised. The results are shown in said Table.

**5 Key to Table**

First column heading divided into two:

1st box = Example

2nd box = No.

Second column heading = Working Examples

**10 Third column heading = Comparative Examples**

First column, first box = Cleansing agent composition components (% by weight)

Underneath that = Appraisal

Second column, is as follows

Nonionic (A)

**15 Nonionic (B)**

Nonionic (C)

Nonionic (D)

Anionic (A)

Anionic (B)

**20 Cationic (A)**

Cationic (B)

Soda oxalate

Soda malonate

Soda adipate

**25 Soda malate**

Soda tartrate

Soda citrate

Glycine

Soda glutamate

**30 Soda EDTA**

Soda NTA

Soda polyacrylate

Soda gluconate

Soda capronate

**35 Soda lactate**

Soda acetate

Sodium chloride

Sodium sulphate

Ethanol

- 6 -

Water

Box to the right of water, centred = Balance

Under "water" the Table continues with

Separation

5 Miscibility .

Stability

- 1 -

## Procedural Amendment Form

15 June 1984

Director General of the Patent Office

T. Wakasugi

5

1. Indication of the case  
Patent Application No. 97450 of 1984

10

2. Title of the invention  
Separated liquid cleansing agent composition

15

3. Person making the amendment  
Relation to the case Patent Applicant  
Lion K.K.  
1-3-7 Honjo Sumida-ku, Tokyo-to  
Representative A. Kobayashi

20

4. Agent (7182) Patent Attorney A. Agata  
8th Floor, Kawashimitsu-Hoshin Bldg.,  
2-2-2 Shinbashi, Minato-ku, Tokyo-to  
Tel. (591)9910 [stamp]

25

5. Date of the amendment order Voluntary  
6. Increase to the number of inventions according to the amendment 0  
7. Subject of the amendment The "detailed description of the invention"  
section of the specification

8. Details of the amendments  
(1) Insert the following section after "the results are shown in said Table."  
on line 4, p. 10 of the specification.  
"It should be noted that in the Table

- 30 Nonionic (A): polyoxyethylene alkyl ether ( $R = C_{12-13}$ ,  $EO_p = 15$ , 80 % linear)  
Nonionic (B): polyoxyethylene alkyl ether ( $R = C_{15}$ ,  $EO_p = 12$ , 40 % linear)  
Nonionic (C): coconut fatty acid diethanolamide  
Nonionic (D): nonadecyldimethylamine oxide  
Anionic (A): linear sodium alkylbenzenesulphonate ( $R = C_{12}$ )  
35 Anionic (B): sodium polyoxyethylene alkyl ether sulphate ( $R = C_{12-13}$ ,  $EO_p = 3$ )  
Cationic (A): monoalkyltrimethylammonium chloride ( $R = C_{16-18}$ )  
Cationic (B): dialkyldimethylammonium chloride ( $R = C_{16-18}$ )".

## Translator's Report/Comments

Your ref: Order No 181 JP60-243199-A) Your order of (date): 30/09/99

In translating the above text we have noted the following apparent errors/unclear passages which we have corrected or amended:

Page/para/line*	Comment
	Japanese proper nouns have several possible readings. Common readings have been chosen throughout.
Table.	The terms "soda oxalate, soda malonate", etc., reflect the Japanese.

\* This identification refers to the source text. Please note that the first paragraph is taken to be, where relevant, the end portion of a paragraph starting on the preceding page. Where the paragraph is stated, the line number relates to the particular paragraph. Where no paragraph is stated, the line number refers to the page margin line number.